

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-064712

(43)Date of publication of application : 06.03.1998

(51)Int.Cl. H01F 1/08
C22C 33/02
C22C 38/00
H01F 41/02

(21)Application number : 09-193803 (71)Applicant : HITACHI METALS LTD

(22)Date of filing : 18.07.1997 (72)Inventor : KIKUCHI AKIRA
UCHIDA KIMIO

(54) R-FE-B RARE EARTH SINTERED MAGNET

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain greatly elevated magnetic characteristics by specifying the oxygen and carbon contents of a rare earth sintered magnet and sintered compact density.

SOLUTION: A starting material for an R-Fe-B rare earth sintered magnet (R is at least one of rare earth elements including Y) is weighed, dissolved and cast into ingot in a high frequency melting furnace. The ingot is roughly and finely pulverized, the obtd. powder is dipped in a mineral oil in a nitrogen atmosphere and then wet formed by the so-called lateral magnetic field type press having an orientation magnetic field perpendicular to the compressing direction. The obtd. compact is heat treated into a sintered product having an oxygen content of 3000ppm or less and nitrogen content of 0.1wt.% or less and sintering density of 7.58g/cm³ or more.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 17.09.1997

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 08.02.2000

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection] 2000-002244

[Date of requesting appeal against
examiner's decision of rejection]
[Date of extinction of right]

23.02.2000

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-64712

(43)公開日 平成10年(1998) 3月6日

(51)Int.Cl. ⁸	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
H 0 1 F 1/08			H 0 1 F 1/08	B
C 2 2 C 33/02			C 2 2 C 33/02	H
	3 0 3		38/00	3 0 3 D
H 0 1 F 41/02			H 0 1 F 41/02	G

審査請求 有 請求項の数3 O L (全 7 頁)

(21)出願番号 特願平9-193803
(62)分割の表示 特願平5-175088の分割
(22)出願日 平成5年(1993) 7月15日

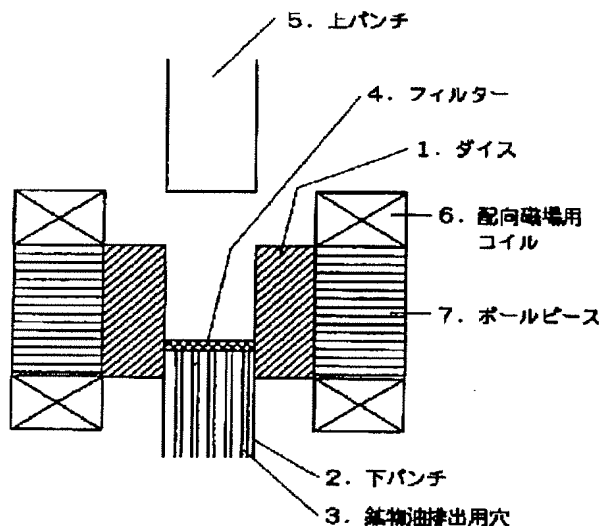
(71)出願人 000005083
日立金属株式会社
東京都千代田区丸の内2丁目1番2号
(72)発明者 菊地 亮
埼玉県熊谷市三ヶ尻5200番地日立金属株式
会社磁性材料研究所
(72)発明者 内田 公穂
埼玉県熊谷市三ヶ尻5200番地日立金属株式
会社磁性材料研究所

(54)【発明の名称】 R - F e - B系希土類焼結磁石

(57)【要約】

【課題】 微粉および成形体の酸化や水分の吸着を防止して焼結体の酸素量を低減するとともに磁気特性を劣化させる焼結体の炭素量を低減することでR - F e - B系希土類焼結磁石に占める磁石特性に寄与しない非磁性化合物の体積比率を非常に少なく抑え、同時に焼結体密度を実質的にR - F e - B系磁石の理論密度に略相当する非常に高い密度域に緻密化することにより、従来に比べて大幅に高い磁気特性を有したR - F e - B系希土類焼結磁石を提供する。

【解決手段】 R - F e - B系(RはYを含む希土類元素のうち一種または二種以上)希土類焼結磁石であって、含有酸素量が3000ppm以下、含有炭素量が0.1wt%以下であるとともに焼結体密度が7.58g/cm³以上に高密度化されたことを特徴とするR - F e - B系希土類焼結磁石。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 R-Fe-B系(RはYを含む希土類元素のうち一種または二種以上)希土類焼結磁石であって、含有酸素量が3000ppm以下、含有炭素量が0.1wt%以下であるとともに焼結体密度が7.58g/cm³以上に高密度化されたことを特徴とするR-Fe-B系希土類焼結磁石。

【請求項2】 成形工程においてR-Fe-B系(RはYを含む希土類元素のうち一種または二種以上)希土類焼結磁石用原料を配向磁場の方向が圧縮方向に対して垂直である成形用金型のキャビティに充填し磁気異方性が付与されてなるR-Fe-B系希土類焼結磁石であって、含有酸素量が3000ppm以下、含有炭素量が0.1wt%以下であるとともに焼結体密度が7.58g/cm³以上に高密度化されており、最大エネルギー積を40MGOe以上としたことを特徴とするR-Fe-B系希土類焼結磁石。

【請求項3】 成形工程においてR-Fe-B系(RはYを含む希土類元素のうち一種または二種以上)希土類焼結磁石用原料を配向磁場の方向が圧縮方向に対して平行である成形用金型のキャビティに充填し磁気異方性が付与されてなるR-Fe-B系希土類焼結磁石であって、含有酸素量が3000ppm以下、含有炭素量が0.1wt%以下であるとともに焼結体密度が7.58g/cm³以上に高密度化されており、最大エネルギー積を40MGOe以上としたことを特徴とするR-Fe-B系希土類焼結磁石。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、磁石特性に寄与しない非磁性化合物を形成する不可避不純物の酸素、炭素の含有量を極力低減して主相比率を高めると同時に高密度化を実現して従来よりも高い磁気特性を得られるようにしたR-Fe-B系希土類焼結磁石に関する。

【0002】

【従来の技術】希土類焼結磁石は、原料金属を溶解し、鋳型に注湯して得られたインゴットを粉砕、成形、焼結、熱処理、加工の粉末冶金技術を用いて製造されるが、その中でR-Fe-B系希土類焼結磁石(RはYを含む希土類元素のうち一種または二種以上)は、高性能磁石として注目されている。しかし、インゴットを粉砕して得られた希土類焼結磁石用合金粉末は、化学的に非常に活性であるため、大気中において極めて急激に酸化し、磁気特性の劣化を招いてしまう。また、希土類焼結磁石用合金粉末は、急激な酸化により発熱するだけでなく甚だしい場合は、発火してしまうため安全性の面でも問題があった。従来は、このような急激な酸化を防止する方法として、窒素、アルゴン等の不活性ガス中に長時間放置し表面を安定化する処理が行われていたが、処理に長時間を要するため量産性に問題があった。更に、希

土類焼結磁石用合金粉末は吸湿性があり、大気中に放置すると大気中の水分を吸着し、製造された希土類焼結磁石の特性を劣化させるという問題点があった。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】この問題に関し特開昭61-114505号では、R-Fe-B系(RはYを含む希土類元素のうち一種または二種以上)合金粉末と有機溶媒との混合物を作成しこの混合物を磁場中にて圧縮し有機溶媒をろ過して得た成形体を乾燥、焼結および熱処理する永久磁石の製造方法が提案されている。この製造方法によれば、湿式で成形するため酸化、水分の吸着の問題が解決される。近年R-Fe-B系永久磁石でより高い磁気特性を得るための検討が盛んに行われており、本発明者も特開昭61-114505号の湿式成形法を用いて検討を行った。その結果、確かに含有酸素量の低下はなされるものの、トルエン、アルコールといった有機溶媒を用いると1週間程度の比較的短時間の内に溶媒に浸漬した微粉あるいは成形体の酸素量が増加し得られる焼結体の磁気特性が劣化し易いという問題点があることが判明した。そこで、本発明の課題は、微粉および成形体の酸化や水分の吸着を防止して焼結体の酸素量を低減するとともに磁気特性を劣化させる焼結体の炭素量を低減することでR-Fe-B系希土類焼結磁石に占める磁石特性に寄与しない非磁性化合物の体積比率を非常に少なく抑え、同時に焼結体密度を実質的にR-Fe-B系磁石の理論密度に略相当する非常に高い密度域に緻密化することにより、従来に比べて大幅に高い磁気特性を有したR-Fe-B系希土類焼結磁石を提供することである。

【0004】

【課題を解決するための手段】本発明者らは特開昭61-114505号の湿式成形法における微粉および成形体の保存性が低い原因について種々検討を行ったところ、以下のことが判明した。即ち、アルコール、アセトン等の親水性有機溶媒は、ある程度の水分を含んでおり、この水分と微粉および成形体中の希土類元素が反応し水酸化物を生成する。これが焼結時に酸化物となり希土類焼結磁石の特性を劣化させる原因となる。また、トルエン、ヘキサン等の疎水性有機溶媒は酸素の溶解度が高く、これらの有機溶媒中の溶存酸素が微粉および成形体中の希土類元素と反応し酸化物を生成させ、希土類焼結磁石の特性を劣化させる。これらの問題を解消するためには、疎水性の液体であることと酸素の溶解度が小さいことが必要となる。本発明者らは、種々の物質について検討した結果、これらの条件を満足するものとして、鉱物油または合成油が適しており、これら鉱物油および/または合成油を用いた場合に上記課題を解決できることを知見するに至った。さらに、本発明者らは酸素量および炭素量を低減することで磁石特性に寄与しない非磁性化合物の体積比率が非常に少なく抑えられておりかつ

R-Fe-B系希土類磁石の理論密度に略相当する焼結体密度域に緻密化されている健全な焼結体組織を有したR-Fe-B系希土類焼結磁石が得られること、すなわち含有酸素量が3000ppm以下でかつ含有炭素量が0.1wt%以下であり、かつ焼結体密度が7.58g/cm³以上である場合に従来に比べて格段に高い磁気特性を有したR-Fe-B系希土類焼結磁石が得られることを見出した。すなわち本発明は、R-Fe-B系（RはYを含む希土類元素のうち一種または二種以上）希土類焼結磁石であって、含有酸素量が3000ppm以下、含有炭素量が0.1wt%以下であるとともに焼結体密度が7.58g/cm³以上に高密度化されたことを特徴とするR-Fe-B系希土類焼結磁石である。本発明磁石は磁石特性に寄与しない非磁性化合物の体積比率を非常に少なく抑えており、同時にR-Fe-B系磁石の略理論密度相当の焼結体密度を具有しているの従来に比べて格段に高い磁気特性のR-Fe-B系希土類焼結磁石を提供することができる。また、本発明は、成形工程においてR-Fe-B系（RはYを含む希土類元素のうち一種または二種以上）希土類焼結磁石用原料を配向磁場の方向が圧縮方向に対して垂直である成形用金型のキャビティに充填し磁気異方性が付与されてなるR-Fe-B系希土類焼結磁石であって、含有酸素量が3000ppm以下、含有炭素量が0.1wt%以下であるとともに焼結体密度が7.58g/cm³以上に高密度化されており、最大エネルギー積を40MGOe以上としたことを特徴とするR-Fe-B系希土類焼結磁石である。本発明によれば、いわゆる横磁場成形による40MGOe以上のR-Fe-B系希土類焼結磁石を安定に提供可能である。また、本発明は、成形工程においてR-Fe-B系（RはYを含む希土類元素のうち一種または二種以上）希土類焼結磁石用原料体を配向磁場の方向が圧縮方向に対して平行である成形用金型のキャビティに充填し磁気異方性が付与されてなるR-Fe-B系希土類焼結磁石であって、含有酸素量が3000ppm以下、含有炭素量が0.1wt%以下であるとともに焼結体密度が7.58g/cm³以上に高密度化されており、最大エネルギー積を40MGOe以上としたことを特徴とするR-Fe-B系希土類焼結磁石である。本発明によれば、いわゆる縦磁場成形による40MGOe以上のR-Fe-B系希土類焼結磁石を安定に提供可能である。

【0005】以下に、本発明を詳述する。本発明における希土類焼結磁石用合金はR-Fe-B系であればよいが、望ましくはR-Fe(Co)-B-M系が良く、RはYを含む希土類元素のうち一種または二種以上を25～35重量%、Bは0.8～1.2重量%、MはAl、Nb、Ti、V、Zr、Mo、W、Ga、Cu、Zn、Ge、Snのうち一種または二種以上を5重量%以下、残部が不可避的な混入物をのぞきFeまたはFeとCoからなる。合金系として、Nd-Fe-B-Al-N

b、Nd-Fe-Co-B-Al-Nb、Nd-Fe-B-Al-Ga、Nd-Fe-Co-B-Al-Ga、Nd-Dy-Fe-B-Al-Nb、Nd-Dy-Fe-Co-B-Al-Nb、Nd-Dy-Fe-B-Al-Ga、Nd-Fe-Dy-Co-B-Al-Ga等が例示されるが、これらに限定されるものではない。

【0006】本発明磁石を製作する好適な手段は本発明磁石用の原料微粉末を鉱物油または合成油に浸漬させて酸化を防止する方法である。ジェットミル等による乾式粉碎の場合は、ジェットミルの微粉の排出口に鉱物油または合成油を満した容器を設置し、微粉を大気に触れさせずに不活性または還元性雰囲気中で鉱物油または合成油中に直接回収し、スラリー状の混合物とすることが望ましい。微粉の表面は鉱物油または合成油によって大気から遮断され、酸化が防止される。なお、鉱物油と合成油との混合油を用いてもよいことは言うまでもない。

【0007】このようにして得られた微粉末と鉱物油または合成油との混合物を湿式成形するのに好適なプレス装置の1例を図1に示す。図1に示すプレス装置を用いた湿式成形の例を以下説明する。断続できる配向磁場中に配置された金型1のキャビティ内に微粉末と鉱物油または合成油の混合物を充填し配向磁場を印加することにより微粉末を配向させ、上パンチ5を下降させ圧力をかけると鉱物油または合成油は、下パンチ2上に置かれたフィルター4を通し下パンチ2に設けられた溶媒排出用穴3を通し排出され粉末が圧縮、成形される。微粉末と鉱物油または合成油の混合物を圧縮している間は配向磁場を印加してもしなくても構わないが、粉末の配向を維持するためおよび金型1と上・下パンチ5、2のクリアランスから鉱物油または合成油とともに微粉末が吹き出すのを防止するためには圧縮が完了するまで配向磁場を印加した状態を維持することが望ましい。図1は配向磁場の方向が圧縮方向に対し垂直の場合を示しているが、圧縮方向に平行になるように配向磁場の発生機構、つまり配向磁場用コイル6およびポールピース7を設けても構わない。また配向磁場の発生方法もこれらに限られるものではない。また、微粉末と鉱物油または合成油の混合物の金型1のキャビティ内への充填を加圧しつつ行うことが望ましい。これは、加圧充填を行った方が残留磁束密度(B_r)、最大エネルギー積((BH)_{max})が高い値となるからである。特に、図1の配向磁場の方向が、圧縮方向に対し垂直な場合（いわゆる横磁場成形の場合）は勿論のこと、圧縮方向に対し平行な場合（いわゆる縦磁場成形の場合）においても加圧充填を行うことで(BH)_{max}≥40MGOeのものを安定に得ることができる。すなわち、加圧充填によってR-Fe-B系希土類焼結磁石により良好な磁気異方性が付与されるのである。

【0008】得られた成形体は、大気中に放置すると鉱物油または合成油が気化するに伴い表面から乾燥し鉱

物油または合成油で濡れていない部分が生じ徐々に酸化され焼結により得られる希土類焼結磁石の特性を劣化させる。これを防止するため、成形体は成形直後に鉍物油または合成油もしくは非酸化性または還元性雰囲気の中で焼結炉に挿入するまで保存することが望ましい。

【0009】次に成形体を焼結するが、常温から焼結温度である950～1150℃まで急激に昇温すると成形体内温度が急激に上昇し、成形体中に残留した鉍物油または合成油と成形体内の希土類元素が反応することにより希土類炭化物を生成し、焼結に十分な量の液相の発生が妨げられ十分な密度の焼結体を得られず磁気特性の劣化を招くおそれがある。これを防止するためには、温度100～500℃、圧力 10^{-1} Torr以下の条件下で30分以上保持する脱鉍物油または脱合成油処理を施すことが望ましい。この処理により成形体中に残留した鉍物油または合成油を十分に除去することができる。なお、保持は100～500℃の温度範囲であれば一点である必要はなく二点以上であってもよい。また 10^{-1} Torr以下の圧力下で室温から500℃までの昇温速度を10℃/min以下、好ましくは5℃/min以下とする脱鉍物油または脱合成油処理を施すことによって、温度100～500℃、圧力 10^{-1} Torr以下の条件下で30分以上保持する処理と同様な効果を得ることができる。以上の処理によって鉍物油あるいは合成油を除去された成形体は、表面が非常に活性になっているため、これを大気に触れさせずに焼結炉に入炉し、焼結する。本発明では、以上に説明したように、鉍物油あるいは合成油によって、微粉碎以降の工程での微粉や成形体の酸化を防止することができる。また、先に示した脱鉍物油、脱合成油処理を行うことで、成形体中の鉍物油や合成油を除去することができる。このため、焼結過程で生成する希土類の酸化物や炭化物の量は少なく、前者は焼結体の酸素量換算で3000ppm以下、後者は焼結体の炭素量換算で0.1wt%以下とすることができる。焼結時の生成酸化物や炭化物は、それ自体非磁性介在物として磁氣的に有害であり、焼結時の結晶の粒成長を妨げるとともに焼結体密度を低下させる。酸化物や炭化物の生成量が非常に少なく抑えられた本発明磁石の焼結体では緻密化が容易に促進され、7.58g/cm³以上という極めて高い密度が得られる。

【0010】鉍物油または合成油としては、分留点が350℃以下、動粘度が成形性の点から室温において10cSt以下、さらに好ましくは5cSt以下が良い。

【0011】

【実施例】以下、本発明を実施例をもって具体的に説明するが、本発明の内容は、これらに限定されるものではない。

（実施例1）希土類焼結磁石用の出発原料として、電解鉄、フェロボロン、Ndを所定量秤量し、高周波溶解炉にて溶解、鑄造することにより、重量%でNd=31.

0%、B=1.0%、Al=0.3%、残部Feなるインゴットを製造した。このインゴットを粗粉碎し、次いでジェットミルを用い雰囲気酸素量が10ppmの窒素中で微粉碎した。微粉末の平均粒径は4.1μmであった。粉碎して得られた微粉末を窒素雰囲気中で分留点が200～300℃、室温での動粘度が2cStの鉍物油（出光興産製、商品名：MC OIL P-02）に浸漬した。これを配向磁場の方向が圧縮方向に対して垂直であるいわゆる横磁場型の図1に示すプレス装置を用いて湿式成形を行った。すなわち、鉍物油に浸漬された微粉末を金型1のキャビティ内に充填し、配向磁場用コイル6に電流を流し配向磁場強度15kOeで鉍物油中の微粉末を配向させ、その状態のまま上パンチ5により加圧した。加圧された鉍物油の大部分はフィルター4を通し下パンチ2に設けられた溶媒排出用穴3を通し排出された。その後配向磁場電流を切り、成形体を取り出してこれを直ちに鉍物油に浸漬させた。得られた成形体を鉍物油から取り出し焼結炉に挿入し圧力 5×10^{-2} Torrで室温から150℃まで1.56℃/minで昇温し、その温度で1時間保持の後500℃まで1.5℃/minで昇温、成形体中の鉍物油を除去し、圧力 5×10^{-4} Torrで500から1100℃まで20℃/minで昇温、2時間保持しその後炉冷した。得られた焼結体を900℃で1時間、600℃で1時間熱処理した後、焼結体の酸素量、炭素量、磁気特性、焼結体密度を測定したところ表1に示すように十分な特性（焼結体酸素量=1890ppm、炭素量=0.03wt%、Br=13.5kG、iHc=11.3kOe、(BH)max=41.5MGOe、 $\rho_s=7.59$ g/cm³）が得られた。

（実施例3）希土類焼結磁石用の出発原料として、電解鉄、フェロボロン、Ndを所定量秤量し、高周波溶解炉にて溶解、鑄造することにより、重量%でNd=29%、B=1.0%、Al=0.3%、残部Feなるインゴットを製造した。このインゴットを実施例1と同様の工程により熱処理した焼結体とし、焼結体の酸素量、炭素量、磁気特性、焼結体密度を測定したところ表1に示すように十分な特性が得られた。

（実施例5）実施例1で得られた成形体を実施例1と同じ鉍物油中に1ヶ月保存し、実施例1と同様の工程により熱処理した焼結体とし、焼結体の酸素量、炭素量、磁気特性、焼結体密度を測定したところ表1に示すように十分な特性が得られた。

（実施例6）実施例3で得られた成形体を実施例3と同じ鉍物油中に1週間および1ヶ月保存し、実施例3と同様の工程により熱処理した焼結体とし、焼結体の酸素量、炭素量、磁気特性、焼結体密度を測定したところ表1に示すように十分な特性が得られた。

【0012】（比較例1）実施例1と同じインゴットを実施例1と同様の粉碎を行い、鉍物油中に回収せず大気中に開放したところ、即座に発火し微粉の回収を行うこ

とはできなかった。

(比較例2) 実施例1と同じインゴットを実施例1と同様の粉碎を行い、窒素ガス中で気密容器に回収し、48時間大気圧の窒素ガス中で安定化処理をした微粉末を大気中、配向磁場強度15kOe、成形圧1ton/cm²で成形し、得られた成形体を5×10⁻⁴Torrで室温から1100℃まで20℃/minで昇温、2時間保持後炉冷した。得られた焼結体を900℃で1時間、600℃で1時間熱処理した後、焼結体の酸素量、炭素量、磁気特性、焼結体密度を測定したところ表1に示すように、実施例より酸素量が

高く、磁気特性、焼結体密度も実施例より低い結果となった。

(比較例3) 実施例1と同じインゴットを実施例1と同様の粉碎を行い、窒素ガス中で気密容器に回収し、48時間大気圧の窒素ガス中で安定化処理をした微粉末を大気中、配向磁場強度15kOe、成形圧1ton/cm²で成形し、得られた成形体を圧力5×10⁻⁴Torrで室温から1100℃まで20℃/minで昇温、2時間保持後炉冷した。得られた焼結体を900℃で1時間、600℃で1時間熱処理した後、焼結体の酸素量、炭素量、磁気特性、焼結体密度を測定したところ表1に示すように、実施例より酸素量が

高く、磁気特性、焼結体密度も実施例より低い結果となった。

(比較例4) 実施例1と同じインゴットを実施例1と同様に粉碎、n-ヘキサン中への回収、湿式成形を行い、得られた成形体を圧力5×10⁻⁴Torrで室温から1100℃まで20℃/minで昇温、2時間保持後炉冷した。得られた焼結体を900℃で1時間、600℃で1時間熱処理した後、焼結体の酸素量、炭素量、磁気特性、焼結体密度を測定したところ表1に示すように、酸素量は実施例よりやや高い程度であるが炭素量が高く焼結体密度が小さく

なり、磁気特性も実施例より低い結果となった。

(比較例5) 実施例1と同じインゴットを実施例1と同様に粉碎し、n-ヘキサン中に回収、湿式成形を行い、n-ヘキサン中に1週間および1ヶ月保存した後、実施例1と同様の工程で熱処理した焼結体とした。得られた焼結体の酸素量、炭素量、磁気特性、焼結体密度を測定したところ炭素量、焼結体密度は実施例1と同等であるが、酸素量が実施例1に比べ高く、磁気特性も実施例1より低い結果となった。

【0013】

【表1】

	[O] [ppm]	[C] [wt%]	ρ_s [g/cm ³]	Br [kG]	iHc [kOe]	(BH) _{max} [MGoe]
実施例1	1890	0.03	7.59	13.5	11.8	41.5
実施例3	1690	0.02	7.60	13.8	11.1	42.5
実施例5	1920	0.03	7.59	13.5	11.9	41.6
実施例6	1680	0.03	7.59	13.8	11.2	42.5
					(1週間保存)	
	1700	0.03	7.59	13.7	11.3	42.3
					(1ヶ月保存)	
比較例2	5500	0.03	7.57	11.8	10.6	34.8
比較例3	6200	0.04	7.51	9.9	9.2	20.0
比較例4	2600	0.14	7.49	9.2	8.9	18.3
比較例5	3940	0.03	7.58	12.2	10.9	38.3
					(1週間保存)	
	5620	0.03	7.57	11.9	10.7	35.1
					(1ヶ月保存)	

ρ_s : 焼結体密度

【0014】(実施例7) 希土類焼結磁石用の出発原料として、電解鉄、フェロボロン、Ndを所定量秤量し、高周波溶解炉にて溶解、鑄造することにより、重量%でNd=31%、B=1.0%、Al=0.3%、残部Feなるインゴットを製造した。このインゴットを粗粉碎し、次いでジェットミルを用い雰囲気酸素量が10ppmの窒素中で微粉碎した。微粉末の平均粒径は4.0μmであった。粉碎して得られた微粉末を窒素雰囲気中で分留点が200~300℃、室温での動粘度が2cStの合成油(出光興産製、商品名ダフニクリーナーH)に浸漬した。これを実施例1と同一の条件で成形、焼結、熱

処理を行い、焼結体の酸素量、炭素量、磁気特性、焼結体密度を測定したところ表2に示すように十分な特性が得られた。

【0015】(実施例8) 希土類焼結磁石用の出発原料として、電解鉄、フェロボロン、Ndを所定量秤量し、高周波溶解炉にて溶解、鑄造することにより、重量%でNd=31.0%、B=1.0%、Al=0.3%、残部Feなるインゴットを製造した。このインゴットを粗粉碎し、次いでジェットミルを用い雰囲気酸素量が10ppmの窒素中で微粉碎した。微粉末の平均粒径は4.2μmであった。粉碎して得られた微粉末を窒素雰囲気

で分留点が200～300℃、室温での動粘度が2.0 cStの鉱物油（出光興産製、商品名：MC OIL P-02）に浸漬した。次いで、図1に示すのと同じ構造の上・下パンチを有するが、配向磁場の方向が圧縮方向に平行になるように配向磁場用コイルとポールピースを設けたいわゆる縦磁場型のプレス装置を用いキャビティ内に上記浸漬原料を注入して成形した。具体的には、原料注入口を有するダイスを用い、10kOeの磁場を印加したキャビティに注入口を経由して10kgf/cm²の圧力で浸漬原料を加圧注入した。注入後、印加磁場を維持したまま1ton/cm²の加圧力で成形し、成形体を得た。得られた成形体は以後実施例1と同一の条件で焼結、熱処理を行い、焼結体の酸素量、炭素量、磁気特性、焼結体密度を測定したところ表2に示すように十分な特性が得られた。

【0016】（実施例9）希土類焼結磁石用の出発原料として、電解鉄、フェロボロン、フェロニオブ、Nd、Dyを所定量秤量し、高周波溶解炉にて溶解、鑄造することにより、重量％でNd=29.0％、Dy=2.0％、B=1.0％、Al=0.3％、Nb=0.3％、残部Feなるインゴットを製造した。このインゴットを粗粉碎し、次いでジェットミルを用い雰囲気酸素量が10ppmの窒素中で微粉碎した。微粉末の平均粒径は4.0μmであった。粉碎して得られた微粉末を窒素雰囲気中で分留点が200～300℃、室温での動粘度が2.0cStの鉱物油（出光興産製、商品名：MC OIL P-02）に浸漬した。次いで実施例8と同一の条件で成形し、さらに同一の条件で焼結、熱処理を行い焼結体の酸素量、炭素量、磁気特性、焼結体密度を測定したところ表2に示すように十分な特性が得られた。

【0017】（実施例10）希土類焼結磁石用の出発原料として、電解鉄、Co、Ga、フェロボロン、フェロ*

*ニオブ、Nd、Pr、Dyを所定量秤量し、高周波溶解炉にて溶解、鑄造することにより、重量％でNd=30.0％、Pr=0.5％、Dy=1.0％、B=1.0％、Al=0.3％、Nb=0.3％、Co=2.0％、Ga=0.1％、残部Feなるインゴットを製造した。このインゴットを粗粉碎し、次いでジェットミルを用い雰囲気酸素量が10ppmの窒素中で微粉碎した。微粉末の平均粒径は4.1μmであった。粉碎して得られた微粉末を窒素雰囲気中で分留点が200～300℃、室温での動粘度が2.0cStの鉱物油（出光興産製、商品名：MC OIL P-02）に浸漬した。次いで実施例8と同一の条件で成形し、さらに同一の条件で焼結、熱処理を行い焼結体の酸素量、炭素量、磁気特性、焼結体密度を測定したところ表2に示すように十分な特性が得られた。

【0018】（実施例11）希土類焼結磁石用の出発原料として、電解鉄、フェロボロン、フェロニオブ、Nd、Dyを所定量秤量し、高周波溶解炉にて溶解、鑄造することにより、重量％でNd=29.0％、Dy=2.0％、B=1.0％、Al=0.3％、Nb=0.3％、残部Feなるインゴットを製造した。このインゴットを粗粉碎し、次いでジェットミルを用い雰囲気酸素量が10ppmの窒素中で微粉碎した。微粉末の平均粒径は3.8μmであった。粉碎して得られた微粉末を窒素雰囲気中で分留点が200～300℃、室温での動粘度が2.5cStの合成油（出光興産製、商品名：ダフニクリーナーH）に浸漬した。次いで実施例8と同一の条件で成形し、さらに同一の条件で焼結、熱処理を行い焼結体の酸素量、炭素量、磁気特性、焼結体密度を測定したところ表2に示すように十分な特性が得られた。

【0019】

【表2】

	[O] [ppm]	[C] [wt%]	ρ_s [g/cm ³]	Br [kG]	iHc [kOe]	(BH) _{max} [MGOe]
実施例7	1850	0.01	7.60	13.5	11.9	41.5
実施例8	1870	0.03	7.59	13.5	12.0	41.5
実施例9	1780	0.03	7.60	13.1	20.0	40.0
実施例10	1800	0.03	7.59	13.3	17.5	41.0
実施例11	1760	0.01	7.58	13.1	20.5	40.0

ρ_s : 焼結体密度

【0020】

【発明の効果】以上詳述したように、本発明のR-Fe-B系希土類焼結磁石は特長ある下記の優れた効果を有しており、各種磁石応用製品の高性能化等に多大に貢献し得る極めて有用なものである。

（1）微粉および成形体の酸化や水分の吸着を防止して焼結体の酸素量を低減するとともに磁気特性を劣化させる焼結体の炭素量を低減することでR-Fe-B系希土類焼結磁石に占める磁石特性に寄与しない非磁性化合物の体積比率を非常に少なく抑え、同時に焼結体密度を実

質的にR-Fe-B系磁石の理論密度に略相当する7.58g/cm³以上の高密度域に緻密化することにより、従来に比べて大幅に高い磁気特性を有したR-Fe-B系希土類焼結磁石を提供することを可能とした。

（2）成形手段として横磁場成形のみを用い、微粉および成形体の酸化や水分の吸着を防止して焼結体の酸素量を低減するとともに磁気特性を劣化させる焼結体の炭素量を低減することでR-Fe-B系希土類焼結磁石に占める磁石特性に寄与しない非磁性化合物の体積比率を非常に少なく抑え、同時に焼結体密度を実質的にR-Fe

-B系磁石の理論密度に略相当する 7.58 g/cm^3 以上の高密度域に緻密化することにより、 40 MG Oe 以上の高い磁気特性を有したR-Fe-B系希土類焼結磁石を提供することを可能とした。

(3) 成形手段として縦磁場成形のみを用い、微粉および成形体の酸化や水分の吸着を防止して焼結体の酸素量を低減するとともに磁気特性を劣化させる焼結体の炭素量を低減することでR-Fe-B系希土類焼結磁石に占める磁石特性に寄与しない非磁性化合物の体積比率を非常に少なく抑え、同時に焼結体密度を実質的にR-Fe-B系磁石の理論密度に略相当する 7.58 g/cm^3 *

* 以上の高密度域に緻密化することにより、 40 MG Oe 以上の高い磁気特性を有したR-Fe-B系希土類焼結磁石を提供することを可能とした。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明のR-Fe-B系希土類焼結磁石の製造に好適なプレス装置の1例を示す要部断面図である。

【符号の説明】

1 金型、2 下パンチ、3 溶媒排出用穴、4 フィルター、5 上パンチ、6 配向磁場用コイル、7 ボールピース。

【図1】

